

@Derwent Information

Non-flammable filler contg. rigid foam for prodn. of insulating materials - obtd. by reacting mixt. of phenol resol precondensate, furfuryl alcohol, foam stabiliser and filler, acid curing agent and volatile organic cpd.

Patent Number : DE4227536

International patents classification : C08L-061/14 C08J-009/14 C08K-003/22 C08K-003/32 C08K-005/15 C09K-021/14 E04B-001/94 F16L-059/00

• **Abstract :**

DE4227536 C A non-flammable filler contg. rigid foam (I) with a bulk density of 30-300 kg/m³ is formed by reaction of (A) a mixt. of (a) 15-75 pts.wt. phenol-resole precondensate, (b) 0.1-45 pts.wt. furfuryl alcohol, (c) 0.01-5 pts.wt. foam stabiliser and (d) 60-150 pts.wt. filler; (B) an acidic curing agent; and (C) a volatile organic cpd. as a propellant. (d) contains 0.5-20 wt.% ammonium polyphosphate and the viscosity of (A) is 10-15 Pa.s at 20 deg.C.

USE/ADVANTAGE - (I) is useful in the construction industry and has a low and stable viscosity thus making it suitable for the continuous prodn. of foam prods. and results in a more reproducible and homogeneous foam. (Dwg. 0/0)

• **Publication data :**

Patent Family : DE4227536 C1 19940105 DW1994-01
C08L-061/14 8p * AP: 1992DE-4227536 19920820
Priority n° : 1992DE-4227536 19920820
Covered countries : 1
Publications count : 1
Additional words : CONSTRUCTION INDUSTRY FLAME
RETARDANT

• **Patentee & Inventor(s) :**

Patent assignee : (RUEH-) RUEHL CHEM FAB & CO HANDEL
& PRODN AG
Inventor(s) : HUF H; SCHREIBER G

• **Accession codes :**

Accession N° : 1994-000748 [01]
Sec. Acc. n° CPI : C1994-000309
Sec. Acc. n° non-CPI : N1994-000562

• **Derwent codes :**

Manual code : CPI: A05-C02 A08-B04
A08-D01 A08-R01 A08-S07 A12-S03
E07-A01 E10-G02G1 E31-K06 E34-C01
Derwent Classes : A21 A93 E19 E37
Q43 Q67

• **Update codes :**

Basic update code : 1994-01





①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Patentschrift
⑩ DE 42 27 536 C 1

⑳ Aktenzeichen: P 42 27 536.9-42
㉑ Anmeldetag: 20. 8. 92
㉒ Offenlegungstag: —
㉓ Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 5. 1. 94

㉔ Int. Cl. 5:
C 08 L 61/14
C 08 J 9/14
C 08 K 5/15
C 08 K 3/32
C 08 K 3/22
C 09 K 21/14
E 04 B 1/94
F 16 L 59/00
// C 08 J 3/24, E 04 G
23/02

DE 42 27 536 C 1

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

㉕ Patentinhaber:

Erich Rühl AG Chemische Fabrik & Co Handel und
Produktion, 61381 Friedrichsdorf, DE

㉖ Vertreter:

Hann, M., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Sternagel, H.,
Dipl.-Chem. Dr.phil.nat., 51465 Bergisch Gladbach;
Dörries, H., Dipl.-Chem. Dr., Pat.-Anwälte, 67117
Limburgerhof

㉗ Erfinder:

Huf, Hans-Joachim, Dr., 6500 Mainz, DE; Schreiber,
Günter, Dr., 6507 Ingelheim, DE

㉘ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit
in Betracht gezogene Druckschriften:

| | |
|----|--------------|
| DE | 36 44 468 C2 |
| DE | 32 44 779 C1 |
| DE | 28 25 295 B1 |
| EP | 03 25 935 A2 |
| EP | 01 54 874 A1 |

㉙ Nicht brennbarer, Füllstoff enthaltender Hartschaum auf Phenol-Furanharzbasis

㉚ Es wird ein nicht brennbarer, Füllstoff enthaltender Hartschaum mit einem Raumgewicht von 30 bis 300 kg/m³ beschrieben, der durch Umsetzen einer Komponente A auf Basis von Phenol-Resolvorkondensat, Furfurylalkohol, Schaumstabilisator und Füllstoff mit einer sauren Härterkomponente (B) in Gegenwart einer leichtflüchtigen organischen Verbindung als Treibmittel (C) gebildet wird, wobei als Harzkomponente (A) eine Mischung, die

- (a) 15 bis 75 Gewichtsteile Phenol-Resolvorkondensat
- (b) 0,1 bis 45 Gewichtsteile Furfurylalkohol
- (c) 0,01 bis 5 Gewichtsteile Schaumstabilisator und
- (d) 60,0 bis 150,0 Gewichtsteile Füllstoff

enthält, verwendet wird, wobei der Füllstoff einen Anteil von 0,5 bis 20 Gewichtsprozent Ammoniumpolyphosphat enthält.

DE 42 27 536 C 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft Hartschäume auf Phenol-Furanharzbasis, einen Reaktionssatz für deren Herstellung und deren Verwendung im Bauwesen, die durch Umsetzen einer Harzkomponente A auf Basis Phenol-Resolharz und Furanharz mit einer sauren Härterkomponente B in Gegenwart einer leicht flüchtigen organischen Verbindung als Treibmittelkomponente C gebildet werden, wobei Raumgewichte zwischen 30 und 300 kg/m³ eingestellt werden können.

Phenol-Furanharzhartschäume mit hohem Füllstoffgehalt, die schwer entflammbar oder nicht brennbar sind, gehören zum Stand der Technik.

So ist z. B. aus der DE-A 28 25 295 ein nicht brennbarer Werkstoff auf Basis von Phenolharzen und Furfurylalkohol bekannt, der keine toxischen Rauchgase entwickelt.

Der Werkstoff enthält zwischen 12 bis 16 Gewichtsprozent Phenolharz, 11,5 bis 17,5 Gewichtsprozent Furfurylalkohol und als anorganischen Füllstoff 62 bis 76 Gewichtsprozent Aluminiumoxyd, das teilweise durch Aluminiumhydroxyd ersetzt werden kann.

Neben weiteren Bestandteilen können zusätzlich bis zu 3 Gewichtsprozent feinteilige Kieselsäure enthalten sein. Durch Zusatz von Treibmitteln läßt sich ein geschlossenporiger Hartschaum herstellen, der ein Raumgewicht von etwa 500 kg/m³ aufweist.

In der DE-A 32 44 779 ist ein Hartschaum beschrieben, der ebenfalls auf Phenolfuranharzbasis gebildet ist und ein Raumgewicht unter 500 kg/m³ aufweist. Die Harzkomponente enthält dabei 50 bis 62 Gewichtsteile Phenol-Resolharz, 0 bis 15 Gewichtsteile Furanharz sowie 25 bis 40 Gewichtsteile Furfurylalkohol. Dieser Hartschaum ist ein hochgefüllter Schaum mit einem Gewichtsverhältnis von Harz zu Füllstoff von 1 : 2,5 bis 1 : 3,2. Der Hauptbestandteil dieses Füllstoffes ist Aluminiumhydroxid.

In der EP-A-1 54 874 ist ein ähnlicher Phenolfuranharzhartschaum beschrieben, in dem der Füllstoff neben Aluminiumhydroxid als wesentlichem Bestandteil 7 bis 25 Gewichtsteile Kryolith enthält.

Diese hochgefüllten Phenolfuranharzhartschäume zeigen eine Reihe von Nachteilen, die ihrer universellen Anwendung im Wege stehen.

So haben die beschriebenen Harzformulierungen eine relativ hohe Viskosität, was zu unregelmäßigen Schaumgefügen führt und bei der Herstellung von Formteilen größte Sorgfalt erfordert.

Weiterhin erschwert die hohe Viskosität der A-Komponente eine Herstellung der Schäume auf kontinuierlichen und somit wirtschaftlich arbeitenden Bandanlagen beträchtlich.

In DE-C 36 44 468 ist ein furanfreier Hartschaum, hergestellt durch Aufschäumen eines fließfähigen Gemisches aus Phenol-Resolharzen und Treibmitteln, Härtern und Füllstoffen, beschrieben.

Aus EP-A-3 25 935 ist ein Füllstoff enthaltender Hartschaum bekannt, der durch Umsetzen einer A-Komponente mit einer sauren Härterkomponente B in Gegenwart einer leichtflüchtigen Organverbindung als Treibmittel C gebildet wird. Die A-Komponente besteht aus 75 bis 82 Gewichtsteilen Phenol-Resolvorkondensat, 7 bis 10 Gewichtsteilen Furfurylalkohol, 5,5 bis 6,5 Gewichtsteilen Furfurylaldehyd, 0,5 bis 5 Gewichtsteilen eines Silikonpolymeren, 0,01 bis 1,5 Gewichtsteilen Schaumstabilisator zusammen mit 20 bis 80 Gewichtsteilen Füllstoff.

Der Füllstoff besteht zu einem überwiegenden Teil aus Ammoniumpolyphosphat. Die Mischung aus Harzkomponente und Füllstoff (A-Komponente) zeigt eine geringere Viskosität als die bisher bekannten Systeme. Dennoch weist diese Zusammensetzung einige Nachteile auf.

Der in diesem System enthaltene hohe Anteil an Ammoniumpolyphosphat führt bei der Lagerung der Komponente aus Harz und Füllstoff (A-Komponente) in wenigen Stunden zu einer drastischen Viskositätssteigerung. Des weiteren steigt die Viskosität des Gemisches aus A-Komponente und Treibmittel unmittelbar nach der Härterzugabe so stark an, daß das System nicht mehr fließfähig ist.

Dies macht die Verarbeitung auf den bekannten kontinuierlich arbeitenden Bandanlagen nahezu unmöglich.

Außerdem muß bei einem hohen Ammoniumpolyphosphatanteil eine deutlich höhere Härtermenge eingesetzt werden, was zu Korrosionsproblemen führen kann.

Bei einem solchen System tritt auch ein höherer Schrumpf auf, was bei der Herstellung von Formteilen zusätzliche Probleme aufwirft.

Alle bisher bekannten, hochgefüllten, unbrennbaren Systeme haben den Nachteil, daß entweder die Mischung aus Harzkomponente und Füllstoffen bereits so hoch viskos ist, daß das Einmischen des Härters Probleme bereitet und zu inhomogenen Mischungen führen kann oder das Gemisch aus A-Komponente, Treibmittel und Härter so viskos ist, daß es beim Einbringen in Formen oder Aufbringen auf kontinuierlich arbeitende Bandanlagen nicht ausreichend fließfähig ist und somit nicht die gesamte zur Verfügung stehende Fläche ausfüllen kann, bevor der Schäumprozeß einsetzt.

Dies führt häufig zu inhomogenen Schäumen mit einer inhomogenen Dichteverteilung.

Solche Schäume zeigen Spannungen im Schaumgefüge, die zu Rissen im Schaum führen können.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es daher einen Hartschaum und einen Reaktionssatz für dessen Herstellung zur Verfügung zu stellen, der diese Nachteile der bekannten Hartschäume überwindet und für die Verwendung im Bauwesen geeignet ist.

Diese Aufgabe wird durch einen Füllstoff enthaltenden Hartschaum mit einem Raumgewicht von 30 bis 300 kg/m³ gelöst, der durch Umsetzung einer Komponente A auf Basis von Phenol-Resolvorkondensat, Furfurylalkohol, Schaumstabilisator und Füllstoff mit einer sauren Härterkomponente (B) in Gegenwart eines Treibmittels (C) gebildet wird und sich von der in EP-A-0 325 935 beschriebenen Zusammensetzung darin unterscheidet, daß als Komponente A eine Mischung verwendet wird, die

- (a) 15 bis 75 Gewichtsteile Phenol-Resolvorkondensat
- (b) 0,1 bis 45 Gewichtsteile Furfurylalkohol

- (c) 0,01 bis 5 Gewichtsteile Schaumstabilisator und
(d) 60 bis 150 Gewichtsteile Füllstoff

enthält, wobei der Füllstoff einen Anteil von 0,5 bis 20 Gewichtsprozent Ammoniumpolyphosphat enthält und die Viskosität der Komponente A im Bereich zwischen 10 und 15 Pa · s bei 20°C liegt.

Der Füllstoff der Komponente A enthält 0,5 bis 20 Gewichtsprozent Ammoniumpolyphosphat und 80 bis 99,5 Gewichtsprozent Aluminiumhydroxid, wobei bis zu 50 Gewichtsprozent des Aluminiumhydroxids durch andere Füllstoffe, wie z. B. Quarzsand, Aluminiumphosphat, Titandioxid, Aluminiumsilikate, Mangan-Eisensilikate, Zeolithe, Feldspate, Flugasche, Vermiculit, Graphit, Borphosphat, Glaskugeln und Tonsil ersetzt werden können.

Eine Viskositätsenkung der A-Komponente wird dadurch erreicht, daß erstens als Harzkomponente ein Phenol-Resolvorkondensat mit einer Viskosität bei 25°C von 3 bis 8 Pa · s zusammen mit Furfurylalkohol verwendet wird und zweitens als Füllstoff ein Gemisch aus Aluminiumhydroxid mit wenig Ammoniumpolyphosphat eingesetzt wird.

Dabei wurde überraschenderweise gefunden, daß bei Verwendung von Ammoniumpolyphosphat ab 0,5 Gewichtsprozent bezogen auf die Gesamtmenge an Füllstoff eine deutliche Reduzierung des Kohlenmonoxid-Wertes nach DIN 4102 beobachtet wird. Verwendet man Ammoniumpolyphosphatmengen von höchstens 20 Gewichtsprozent, bezogen auf die Menge an Füllstoff, so ist die Viskositätssteigerung der (A) Komponente sowie der beobachtete Schrumpf der Formteile deutlich verringert. Bei einem Ammoniumpolyphosphatanteil von höchstens 5 Gewichtsprozenten sind diese Probleme noch stärker reduziert.

Die Viskosität der erfindungsgemäßen Komponente A liegt im Bereich zwischen 10 bis 15 Pa · s (20°C) und nimmt maximal um 5 Pa · s (20°C) in 24 Stunden zu. Die Gesamt Mischung der Komponente A, B und C weisen einen Viskositätsbereich zwischen 4 und 8 Pa · s (20°C) auf.

Außerdem hat die Verwendung von Furfurylalkohol den Vorteil, daß über den Furfurylalkoholgehalt die Startzeit, Steigzeit und die Aushärtzeit des Schaumes gesteuert werden kann.

Eine weitere Viskositätserniedrigung kann durch Zugabe von flüssigen Expandern erreicht werden. Dazu geeignet sind Wasser, Glycerin, Ethylenalkohol, Citratlösung, Phosphonate, Phosphonsäuren, Oxaphospholate sowie aliphatische Phosphat-phosphonatoligomere. Darüber hinaus sollen diese Expander der Brandeigenschaften verbessern, zumindest nicht verschlechtern.

Wenn man als Expander flüssige Phosphonate oder spezielle phosphorhaltige Verbindungen verwendet, wird beim Verschwelen des Schaumes nach DIN 4102 zusätzlich eine Abnahme des Kohlenmonoxid-Wertes beobachtet.

Als besonders geeignet hat sich ein Aluminiumhydroxid erwiesen mit einer Siebdurchgangssummenkurve mit den Werten

25 Prozent: 6,6 µm
50 Prozent: 36 µm
75 Prozent: 100 µm

Geeignete Phenol-Resolvorkondensate sind alkalisch katalysierte Phenolformaldehydvorkondensate und Phenol-Resol-Vorkondensate.

Derartige Produkte sind im Handel erhältlich und sollen etwa folgende Daten aufweisen, um für die Erfindung geeignet zu sein.

| | |
|--------------------|-------------------------------|
| D 20 | 1,23 |
| Viskosität | 3 bis 8 Pa · s (20°C) |
| pH | 7,3 bis 8,3 |
| freies Phenol | 5,0 bis 8,0 Gewichtsprozent |
| freies Formaldehyd | 1,5 bis 3,0 Gewichtsprozent |
| Trockenrückstand | 74,0 bis 81,0 Gewichtsprozent |

Der verwendete Furfurylalkohol ist ebenfalls ein Handelsprodukt.

Für die erwünschte Regulierung der Schaumbildung und seine Stabilisierung sind gegenüber den sauren Katalysatoren beständige Schaumstabilisatoren bzw. Emulgatoren erforderlich. Besonders geeignete Stabilisatoren sind Polyoxyethylentriglyceride.

Als Härterkomponente (B) dient wäßrige 65- bis 75gewichtsprozentige p-Toluolsulfonsäure oder Phenol-4-säure oder eine Mischung derselben in einer Menge von 5 bis 20 Gewichtsteilen auf 100 Gewichtsteile A-Komponente, vorzugsweise 7,9 bis 15 Gewichtsteile auf 100 Gewichtsteile A-Komponente. Auch andere, bereits bekannte Säuregemische können eingesetzt werden. So kann z. B. die Härterkomponente 0 bis 20 Gewichtsprozent 85prozentige Phosphorsäure enthalten.

Als Treibmittel können außer den allgemein bekannten leicht flüchtige niedrig siedende Kohlenwasserstoffe wie N-Pentan oder Leichtbenzine im Siedebereich zwischen 30 bis 85°C verwendet werden. Je nach herzustellendem Raumgewicht werden Mengen von 0,5 bis 10 Gewichtsteilen, bezogen auf 100 Gewichtsteile der A-Komponente, eingesetzt.

In einer bevorzugten Ausführungsform wird als A-Komponente eine Mischung aus

- (a) 62,0 bis 75,0 Gewichtsteile Phenol-Resolvorkondensat
(b) 10,0 bis 25,0 Gewichtsteile Furfurylalkohol

- (c) 0,01 bis 5 Gewichtsteile Schaumstabilisator und
(d) 85 bis 130 Gewichtsteile Füllstoff

verwendet.

- 5 Die erfindungsgemäßen Hartschäume zeichnen sich durch eine niedrige Viskosität des Gemisches aus den drei Komponenten A, B und C aus, so daß eine Verarbeitung des Schaumes auf kontinuierlich arbeitenden Bandanlagen möglich ist. Sie können insbesondere im Bauwesen in Form von vorgefertigten Platten, Blöcken, Rohrummantelungen und Halbschalen zur Wärmedämmung und, insbesondere wenn sie die Kriterien der A2-Baustoffklasse erfüllen, als Brandschutzstoffe verwendet werden.
- 10 Die Erfindung wird anhand der Beispiele noch näher beschrieben.

Beispiel 1

- 15 Die Rezeptur eignet sich zur Herstellung von Druckschäumen mit einem Raumgewicht von 60 kg/m³. Verwendet wurde eine Form von 77 l Inhalt, die auf ca. 40°C vorgewärmt wurde. Nach dem Eintragen der schaumfähigen Mischung wurde die Form eine Stunde in einen Wärmeschrank bei 60°C gelagert. Der Schaum wurde nach 45 Minuten entformt.

| | Gewichtsteile/g | Gewichtsprozent |
|----|--------------------------------|-----------------|
| 20 | | |
| 25 | Phenol-Resolvorkondensat 65,06 | 28,02 |
| | Stabilisator 0,94 | 0,42 |
| | Furfurylalkohol 14,00 | 6,04 |
| 30 | Aluminiumhydroxid 112,6 | 48,54 |
| | Ammoniumpolyphosphat 7,4 | 3,19 |
| | n-Pentan 8,0 | 3,45 |
| 35 | Härter 24,0 | 10,35 |

Als Härter wurde eine wäßrige 75%ige p-Toluolsulfonsäure verwendet, die 10 Gewichtsprozent 85%ige Phosphorsäure enthielt.

- 40 Als Stabilisator wurde ein Polyoxyethylentriglycerid verwendet.

Beispiel 2

- 45 Die Rezeptur eignet sich zur Herstellung von Druckschäumen mit einem Raumgewicht von 145 kg/m³. Verwendet wurde eine Form von 77 l Inhalt, die wie in Beispiel 1 auf ca. 40°C vorgewärmt wurde. Nach dem Eintragen der schäumbaren Mischung wurde die Form eine Stunde in einen Wärmeschrank bei 60°C gelagert.

| | Gewichtsteile/g | Gewichtsprozent |
|----|--------------------------------|-----------------|
| 50 | | |
| 55 | Phenol-Resolvorkondensat 55,28 | 24,31 |
| | Stabilisator 0,94 | 0,41 |
| | Furfurylalkohol 14,8 | 6,51 |
| | Wasser 3,0 | 1,32 |
| 60 | Aluminiumhydroxid 116,0 | 51,00 |
| | Ammoniumpolyphosphat 10,0 | 4,40 |
| | n-Pentan 3,4 | 1,50 |
| 65 | Härter 24,0 | 10,55 |

Als Härter wurde eine wäßrige 75%ige p-Toluolsulfonsäure verwendet, die 5 Gewichtsprozent 85%ige Phosphorsäure enthielt.
Stabilisator wie in Beispiel 1.

Beispiel 3

Die Rezeptur eignet sich zur Herstellung von Druckschäumen mit einem Raumgewicht von 180 kg/m³. Es wurden die gleiche Form und die gleichen Schäumbedingungen wie in Beispiel 1 bzw. 2 verwendet.

| | Gewichtsteile/g | Gewichtsprozent |
|--------------------------|-----------------|-----------------|
| Phenol-Resolvorkondensat | 65,20 | 28,80 |
| Stabilisator | 0,94 | 0,42 |
| Furfurylalkohol | 10,8 | 4,77 |
| Wasser | 2,6 | 1,15 |
| Aluminiumhydroxid | 111,46 | 49,22 |
| Ammoniumpolyphosphat | 9 | 3,98 |
| n-Pentan | 2,4 | 1,06 |
| Härter | 24,0 | 10,60 |

Als Härter wurde eine wäßrige 75%ige p-Toluolsulfonsäure verwendet, die 5 Gewichtsprozent 85%ige Phosphorsäure enthielt.
Stabilisator wie in Beispiel 1.

Beispiel 4

Die Rezeptur eignet sich zur Herstellung von Druckschäumen mit einem Raumgewicht von 60 kg/m³ auf einer kontinuierlich arbeitenden Doppelbandanlage.

| | Gewichtsteile/g | Gewichtsprozent |
|--------------------------|-----------------|-----------------|
| Phenol-Resolvorkondensat | 55,2 | 24,41 |
| Stabilisator | 1,0 | 0,44 |
| Furfurylalkohol | 17,8 | 7,81 |
| Aluminiumhydroxid | 122,0 | 53,51 |
| Ammoniumpolyphosphat | 4,0 | 1,75 |
| n-Pentan | 8,0 | 3,51 |
| Härter | 20,0 | 8,77 |

Als Härter wurde eine wäßrige 75%ige p-Toluolsulfonsäure verwendet.
Stabilisator wie in Beispiel 1.

Beispiel 5

Die Rezeptur eignet sich ebenfalls zur kontinuierlichen Herstellung von Druckschäumen mit einem Raumgewicht von 60 kg/m³.

| | | Gewichtsteile/g | Gewichtsprozent |
|----|--------------------------|-----------------|-----------------|
| 5 | Phenol-Resolvorkondensat | 55,2 | 23,79 |
| | Stabilisator | 1,0 | 0,43 |
| | Furfurylalkohol | 14,0 | 6,03 |
| | Wasser | 1,8 | 0,78 |
| | DMMP | 2,0 | 0,86 |
| 10 | Aluminiumhydroxid | 122,0 | 52,59 |
| | Ammoniumpolyphosphat | 4,0 | 1,72 |
| | n-Pentan | 8,0 | 3,45 |
| | Härter | 24,0 | 10,34 |

15 Als Härter wurde eine wäßrige 75%ige p-Toluolsulfonsäure verwendet, die 5 Gewichtsprozent 85%ige Phosphorsäure enthielt.

Der Einsatz von DMMP führt zu reduzierten Kohlenmonoxidwerten unter Schwelgasbedingungen nach DIN 4102.

Stabilisator wie in Beispiel 1.

20 Beispiel 6

Die Rezeptur eignet sich zur Herstellung von Blocksäumen mit einem Raumgewicht von ca. 60 kg/m³. Zum Schäumen wurde eine Kiste mit dem Volumen von 360 Litern verwendet.

| | Gewichtsteile/g | Gewichtsprozent | |
|----|--------------------------|-----------------|-------|
| 30 | Phenol-Resolvorkondensat | 60,94 | 26,26 |
| | Stabilisator | 1,66 | 0,72 |
| 35 | Furfurylalkohol | 6,98 | 3,01 |
| | Wasser | 4,78 | 2,06 |
| | Aluminiumhydroxid | 121,66 | 52,44 |
| 40 | Ammoniumpolyphosphat | 4,0 | 1,72 |
| | n-Pentan | 12,0 | 5,17 |
| | Härter | 20,0 | 8,62 |

45 Als Härter wurde eine wäßrige 75%ige p-Toluolsulfonsäure verwendet, die 5 Gewichtsprozent 85%ige Phosphorsäure enthielt.

Stabilisator wie in Beispiel 1.

50 Beispiel 7

Die Rezeptur eignet sich zur Herstellung von Drucksäumen mit einem Raumgewicht von 80 kg/m³. Zum Schäumen wurde eine Kiste mit dem Volumen von 360 Litern verwendet.

| | Gewichtsteile/g | Gewichtsprozent | |
|--------------------------|-----------------|-----------------|----|
| Phenol-Resolvorkondensat | 61,2 | 26,84 | 5 |
| Stabilisator | 1,0 | 0,44 | |
| Furfurylalkohol | 6,0 | 2,63 | 10 |
| Wasser | 2,0 | 0,88 | |
| DMMP | 3,8 | 1,67 | |
| Aluminiumhydroxid | 122,0 | 53,51 | 15 |
| Ammoniumpolyphosphat | 4,0 | 1,75 | |
| n-Pentan | 8,0 | 3,51 | |
| Härter | 20,0 | 8,77 | 20 |

Als Härter wurde eine wäßrige 75%ige p-Toluolsulfonsäure verwendet, die 5 Gewichtsprozent 85%ige Phosphorsäure enthält.

Stabilisator wie in Beispiel 1.

Der Anteil an geschlossenen Zellen des Hartschaumes nach Beispielen 1 bis 5 beträgt 20 bis 30 Prozent. Der Hartschaum nach Beispiel 6 und 7 weist einen Anteil an geschlossenen Zellen von 45 bis 55 Prozent auf.

Tabelle 1 gibt die Druckfestigkeit der Schäume in Abhängigkeit des Raumgewichtes wieder.

Tabelle 1

| Raumgewicht kg/m ³ | Druckfestigkeit N/cm ² | Lambdawert (24°C) $\lambda \times m^{-1} \times ^\circ C^{-1}$ | |
|----------------------------------|--------------------------------------|---|----|
| 60 | 10 | 0,035 | 40 |
| 145 | 30 | 0,042 | |
| 180 | 40 | 0,049 | 45 |

Patentansprüche

1. Nicht brennbarer, Füllstoff enthaltender Hartschaum mit einem Raumgewicht von 30 bis 300 kg/m³, der durch Umsetzen einer Komponente A auf Basis von Phenol-Resolvorkondensat, furfurylalkohol, Schaumstabilisator und Füllstoff mit einer sauren Härterkomponente (B) in Gegenwart einer leichtflüchtigen organischen Verbindung als Treibmittel (C) gebildet wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Komponente A eine Mischung, die

- (a) 15 bis 75 Gewichtsteile Phenol-Resolvorkondensat
- (b) 0,1 bis 45 Gewichtsteile Furfurylalkohol
- (c) 0,01 bis 5 Gewichtsteile Schaumstabilisator und
- (d) 60,0 bis 150,0 Gewichtsteile Füllstoff

enthält, verwendet wird, wobei der Füllstoff einen Anteil von 0,5 bis 20 Gewichtsprozent Ammoniumpolyphosphat enthält und die Viskosität der Komponente A im Bereich zwischen 10 und 15 Pa · s bei 20°C liegt.

2. Hartschaum nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Komponente A eine Mischung, die

- (a) 62 bis 75 Gewichtsteile Phenol-Resolvorkondensat
- (b) 10 bis 25 Gewichtsteile Furfurylalkohol
- (c) 0,01 bis 5,0 Gewichtsteile Schaumstabilisator und
- (d) 85 bis 150 Gewichtsteile Füllstoff

enthält, verwendet wird.

3. Hartschaum nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Füllstoff 80 bis 99,5 Gewichtsprozent Aluminiumhydroxid enthält.

4. Hartschaum nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Anteil an Ammoniumpoly-

phosphat am Füllstoff 0,5 bis 5 Gewichtsprozent beträgt.

5. Hartschaum nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß bis zu 50 Gewichtsprozent des Aluminiumhydroxids durch andere Füllstoffe, ausgewählt aus Quarzsand, Aluminiumphosphat, titandioxid, Aluminiumsilikate, Mangan-Eisensilikate, Zeolithe, Feldspate, Flugasche, Vermiculit, Graphit, Borphosphat, Glaskugeln und Tonsil ersetzt sein kann.

6. Hartschaum nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Aluminiumhydroxid eine Siebdurchgangssummenkurve mit den Werten

25 Prozent: 6,6 µm
50 Prozent: 36 µm
75 Prozent: 100 µm

aufweist.

7. Hartschaum nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Phenol-Resolvorkondensat das Reaktionsprodukt aus einer alkalisch katalysierten Kondensation von Phenol und Formaldehyd ist und eine Viskosität von 3 bis 8 Pa · s bei 20° C aufweist.

8. Hartschaum nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Schaumstabilisator ein Polyoxyethylentriglycerid ist.

9. Hartschaum nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die A-Komponente 0 bis 15 Gewichtsteile, bezogen auf 100 Gewichtsteile A-Komponente, eines flüssigen Expanders enthält.

10. Hartschaum nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Menge an flüssigem Expander 0 bis 5 Gewichtsteile beträgt.

11. Hartschaum nach einem der Ansprüche 9 und 10, dadurch gekennzeichnet, daß der Expander Wasser, Glycerin, Ethylenglycol, Citratlösung, ein Phosphonat, ein Oxaphospholan, eine Phosphonsäure oder ein aliphatisches Phosphat-/Phosphonatoligomer sein kann.

12. Hartschaum nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß als Härterkomponente (B) wäßrige 65- bis 75gewichtsprozentige p-Toluolsulfonsäure oder Phenolsulfonsäure oder eine Mischung derselben in einer Menge von 5 bis 20 Gewichtsteilen auf 100 Gewichtsteile A-Komponente verwendet wird.

13. Hartschaum nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Härterkomponente (B) in einer Menge von 9 bis 15 Gewichtsteile auf 100 Gewichtsteile A-Komponente verwendet wird.

14. Hartschaum nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß als Treibmittel niedrig siedende Kohlenwasserstoffe, mit einem Siedepunkt zwischen 30 und 85° C in einer Menge von 0,5 bis 10 Gewichtsteilen bezogen auf 100 Gewichtsteile der A-Komponente, verwendet werden.

15. Verwendung des Hartschaumes nach Ansprüchen 1 bis 14 im Bauwesen in Form vorgefertigter Platten, Blöcke, Rohrmantelungen und Halbschalen als Wärmedämmstoff.

16. Verwendung des Hartschaumes nach Ansprüchen 2 bis 14 im Bauwesen in Form vorgefertigter Platten, Blöcke, Rohrmantelungen und Halbschalen als Brandschutzstoff.

17. Verwendung des Hartschaumes nach Anspruch 1 bis 14 im Bauwesen zum Ausschäumen von Hohlräumen.

18. Verwendung des Hartschaumes nach Anspruch 1 bis 14 im Bauwesen als Schaumbeschichtung durch Aufspritzen der gemischten Komponenten mittels Aufspritzvorrichtung.

19. Reaktionssitz zur Herstellung des Hartschaumes nach Ansprüchen 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponenten (A) und (B) in getrennten Verpackungen und Komponenten (A) und (C) bereits gemischt in einer gemeinsamen Verpackung in den Gewichtsverhältnissen gemäß den Ansprüchen angeordnet sind.